

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(1)Publication number : 02-229759

(43)Date of publication of application : 12.09.1990

(51)Int. Cl.

C04B 35/10

(21)Application number : 01-050915

(71)Applicant : TORAY IND. INC.  
(72)Inventor : KHARA MASAHRO  
TOKUDA AKIHRO  
TSURUMI TORU

(22)Date of filing : 01.03.1989

## (54) AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> CERAMICS AND PRODUCT THEREOF

### (57)Abstract:

PURPOSE: To improve mechanical properties by mixing Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder with Nb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder which reacts with the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder to form AlNbO<sub>4</sub>, calcining the mixture, mixing the resulting calcined powder with ZrO<sub>2</sub> contg. solubilized Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, pulverizing, molding and sintering the mixture.

CONSTITUTION: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder of ≤1μm average particle size and ≥99.9% purity as a base is mixed with such an amt. of Nb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder of ≤1μm average particle size and ≥99.9% purity that 0.07-3.5wt% AlNbO<sub>4</sub> is formed when the Nb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder reacts with the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder at the time of sintering and the mixture is calcined at 1,000-1,300°C. The resulting calcined powder is mixed with 10-30wt% ZrO<sub>2</sub> powder of 0.05-2μm average particle size contg. 1.5-5mol% solubilized Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> of ≤1μm average grain size and the mixture is pulverized, molded and sintered at 1,300-1,600°C in an oxidizing atmosphere, e.g. in the air to obtain Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> ceramics suitable for use as the structural material of members requiring high hardness and strength, e.g. a cutting tool and bearings.

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-229759

⑮ Int.Cl.<sup>3</sup>

識別記号 庁内整理番号

⑬ 公開 平成2年(1990)9月12日

C 04 B 35/10

E 8924-4G

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全5頁)

⑭ 発明の名称  $Al_2O_3-ZrO_2$ 系セラミックスおよびその製造方法

⑰ 特 願 平1-50915

⑱ 出 願 平1(1989)3月1日

⑲ 発 明 者 木 原 正 浩 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

⑲ 発 明 者 徳 田 章 博 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

⑲ 発 明 者 鶴 見 徹 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

⑲ 出 願 人 東 レ 株 式 会 社 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

明 細 書

(産業上の利用分野)

1. 発明の名称

$Al_2O_3-ZrO_2$ 系セラミックスおよびその製造方法

この発明は、ポンプ、軸受、切削工具等、強度と硬度とが特に要求される部材の構成材料として好適な $Al_2O_3-ZrO_2$ 系セラミックスおよびその製造方法に関する。

2. 特許請求の範囲

(従来の技術)

(1)  $Al_2O_3$ を主成分とし、 $ZrO_2$ を10～30重量%含み、 $AlNbO_4$ を0.07～3.5重量%含み、かつ、 $ZrO_2$ には1.5～5.0モル%の $Y_2O_3$ が固溶していることを特徴とする $Al_2O_3-ZrO_2$ 系セラミックス。  
(2)  $Al_2O_3$ 粉末に $Nb_2O_5$ 粉末を $AlNbO_4$ として0.07～3.5重量%になるように添加、混合した後、その混合粉末を1000～1300℃で仮焼し、その仮焼粉末に $Y_2O_3$ を1.5～5.0モル%含む $ZrO_2$ 粉末を10～30重量%添加、混合し、粉碎し、成形した後、その成形体を1300～1600℃で焼結することを特徴とする、請求項(1)記載の $Al_2O_3-ZrO_2$ 系セラミックスの製造方法。

$Al_2O_3$ を主成分とし、それに $ZrO_2$ を分散せしめてなるセラミックスは、各種のセラミックスのなかでも比較的高強度、高硬度であることから、ポンプ、軸受、切削工具等、強度と硬度とが特に要求される部材の構成材料として注目されている。

3. 発明の詳細な説明

さて、そのような用途においては、当然、強度ができるだけ高いほうがよく、そのため、たとえば特公昭59-24751号発明は、 $Al_2O_3$ 中に平均粒径が0.1～1.5 $\mu m$ の比較的小きな $ZrO_2$ 粒子を分散させて、その $ZrO_2$ の、正方晶から単斜晶への応力誘起変態を利用して強度を向上させることを提案している。また、このとき、 $ZrO_2$ の正方晶構造を安定化させるために

$Y_2O_3$  を添加することも行われている。

しかしながら、かかる方法は、 $1600^\circ C$  以下の比較的低温での焼結では緻密化が十分に行われず、大きな欠陥が残存するようになって強度はそれほど向上しない。 $ZrO_2$  が焼結性を低下させる作用をもっているからである。密度を上げるためには焼結温度を高くすればよいが、そうすると、こんどは  $ZrO_2$  の結晶粒が大きく成長し、臨界粒径を超えると焼結後の冷却過程で正方晶から単斜晶への変態が促進されて、十分な応力誘起変態作用を期待できなくなってしまう。

したがって、強度、硬度等の機械的性質に優れた  $Al_2O_3 - ZrO_2$  系セラミックスの製造は、従来、比較的低温でのホットプレス法か、HIP 法（熱間静水圧加圧処理法）によらざるを得なかった。しかしながら、これらの方法は装置が大がかりになり、製造コストが高くなるのは避けられない。

（発明が解決しようとする課題）

この発明の目的は、上述した問題点を解決し、

強度や硬度等の機械的性質に優れた  $Al_2O_3 - ZrO_2$  系セラミックスと、そのようなセラミックスを低コストで製造する方法を提供するにある。

（課題を解決するための手段）

上記の目的は、 $Al_2O_3$  を主成分とし、 $ZrO_2$  を  $10 \sim 30$  重量% 含み、 $AlNbO_4$  を  $0.07 \sim 3.5$  重量% 含み、かつ、 $ZrO_2$  には  $1.5 \sim 5.0$  モル% の  $Y_2O_3$  が固溶していることを特徴とする  $Al_2O_3 - ZrO_2$  系セラミックスによって達成される。

この発明において、 $ZrO_2$ 、 $AlNbO_4$  および  $Y_2O_3$  の量は、セラミックスを元素分析して得た  $Zr$ 、 $Nb$  および  $Y$  の量をそれぞれ上記の酸化物に換算して求める。したがって、セラミックス中における上記各酸化物の量は、それぞれ製造時に添加する  $ZrO_2$ 、 $Y_2O_3$  および  $Nb_2O_5$  の量と数値的には同じである。ここで、セラミックス中における  $AlNbO_4$  の存在は、セラミックスを粉末にし、粉末 X 線回折法を用いて分析したとき、 $2\theta = 25.2^\circ$  に  $AlNbO_4$  の

(102) 面の回折ピークが現われるか否かで確認する。

上記の  $Al_2O_3 - ZrO_2$  系セラミックスは、 $Al_2O_3$  粉末に  $Nb_2O_5$  粉末を  $AlNbO_4$  として  $0.07 \sim 3.5$  重量% になるように添加、混合した後、その混合粉末を  $1000 \sim 1300^\circ C$  で仮焼し、その仮焼粉末に  $Y_2O_3$  を  $1.5 \sim 5.0$  モル% 含む  $ZrO_2$  粉末を  $10 \sim 30$  重量% 添加、混合し、粉碎し、成形した後、その成形体を  $1300 \sim 1600^\circ C$  で焼結することによって製造することができる。

この発明を詳細に説明するに、この発明においては、まず、主成分たる  $Al_2O_3$  粉末に  $Nb_2O_5$  の粉末を  $AlNbO_4$  として  $0.07 \sim 3.5$  重量% になるように添加し、よく混合する。混合操作は、湿式でも乾式でもよく、ボールミル等を用いて行い、混合操作が終了した後は、必要に応じて乾燥し、粗粉碎する。

$Nb_2O_5$  は、焼結過程において緻密化を促進する作用をもつ。そうして、 $Nb_2O_5$  は主とし

て  $Al_2O_3$  と反応して  $AlNbO_4$  を生成し、 $Al_2O_3$  中に分散する。一部の  $Nb_2O_5$  は、正方晶の  $ZrO_2$  に固溶する。このような作用を十分に行わせるために、 $Nb_2O_5$  の添加量は、上述したように  $AlNbO_4$  として  $0.07 \sim 3.5$  重量% の範囲でなければならない。 $0.07$  重量% 未満では緻密化作用をほとんど期待できなくなり、また、 $3.5$  重量% を超えると後の焼結工程で  $ZrO_2$  と反応して  $ZrNb_2O_7$  を生成し、得られるセラミックスの強度や硬度が大きく低下するようになる。

さて、この発明においては、次に、上記混合粉末を仮焼する。この仮焼によって、 $Al_2O_3$  と  $Nb_2O_5$  とが反応して  $AlNbO_4$  を生成し、この  $AlNbO_4$  が緻密化を促進するとともに、後の焼結工程で  $ZrO_2$  と  $Nb_2O_5$  とが反応するのを抑制するようになる。

仮焼温度は、 $1000 \sim 1500^\circ C$  の範囲で選定しなければならない。 $1000^\circ C$  未満では  $AlNbO_4$  が生成せず、 $Al_2O_3$  と  $Nb_2O_5$  と

が独立して存在するようになって後の焼結工程で多くの $Nb_2O_5$ が $ZrO_2$ 中に固溶してしまい、緻密化が期待できなくなる。一方、 $1500^\circ C$ を超えると、仮焼粉末の一次粒径が大きくなって焼結工程での焼結性が低下し、得られるセラミックスの強度や硬度が大きく低下するようになる。

この発明は、次に、上記仮焼粉末に、 $Y_2O_3$ を $1.5 \sim 5.0$ モル%の範囲で含む $ZrO_2$ 粉末を $10 \sim 30$ 重量%の範囲で添加し、混合し、粉砕する。この混合操作もまた、湿式でも乾式でもよい。

$Y_2O_3$ を含むジルコニア粉末は、共沈法等の周知の方法によって製造することができる。たとえば、 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ と $YCl_3$ とを用い、それらの水溶液を混合し、その混合溶液にアンモニア水を添加して水酸化物を共沈させ、沈殿物を水洗し、乾燥した後、 $800 \sim 1000^\circ C$ 程度で仮焼することによって製造することができる。

$Y_2O_3$ は、 $ZrO_2$ の結晶構造を正方晶にするとともに、その正方晶を安定化させてセラミッ

クス中に準安定な状態で存在するようにし、セラミックスに応力が作用したときの正方晶から単斜晶への応力誘起変態によってセラミックスの強度や硬度を向上させるように作用する。そのためには、 $Y_2O_3$ の量は上述したように $1.5 \sim 5.0$ モル%の範囲でなければならない。 $Y_2O_3$ がこの範囲にあるとき、大部分の、あるいは、ほとんどすべての $ZrO_2$ を正方晶とすることができるようになる。

一方、 $ZrO_2$ の量は、 $10 \sim 30$ 重量%の範囲でなければならない。 $10$ 重量%未満では、応力誘起変態による強度の向上効果が期待できない。また、 $30$ 重量%を超えると、セラミックスの硬度が著しく低下してくる。また、 $ZrO_2$ の凝集が生ずるために、優れた性質をもつセラミックスが得られなくなる。

ところで、 $Al_2O_3$ 、 $Nb_2O_5$ 、 $ZrO_2$ および $Y_2O_3$ の各粉末の平均粒径や純度は、焼結工程での焼結性や、得られるセラミックスの密度や、強度、硬度等の機械的性質に影響を与える。

#### (実施例および比較例)

平均粒径が $0.25 \mu m$ で、純度が $99.99\%$ である $Al_2O_3$ 粉末と、平均粒径が $0.75 \mu m$ で、純度が $99.9\%$ である $Nb_2O_5$ 粉末とを、 $Nb_2O_5$ 粉末が $AlNbO_4$ として表に示す量になるように、ボールミルを用いて $24$ 時間湿式混合した後、乾燥し、粗粉砕して、混合粉末を得た。

次に、上記混合粉末を $1000^\circ C$ で $2$ 時間仮焼し、その仮焼粉末に、表に示す量の $Y_2O_3$ を含み、平均粒径が $0.61 \mu m$ である $ZrO_2$ を表に示す割合で添加し、ボールミルで $24$ 時間湿式混合した後、ポリビニルアルコールを加えて噴霧、造粒、乾燥した。 $Y_2O_3$ を含む $ZrO_2$ 粉末は、 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ の水溶液に $YCl_3$ の水溶液を $Y_2O_3$ 換算で表に示す割合になるように加えて混合し、その混合溶液にアンモニア水を添加して水酸化物を共沈させ、沈殿物を水洗し、乾燥した後、 $1000^\circ C$ で仮焼することによって準備した。

焼結性をよくするために、上記各粉末は、平均粒径が $1 \mu m$ 以下のものを用いるのが好ましい。また、不純物による結晶粒の異常成長を防止し、密度や、強度、硬度等の機械的性質を向上させるために、純度が $99.9\%$ 以上であるものを使用するのが好ましい。

さて、この発明は、次に、上記混合粉末を所望の形状に成形する。この成形には、周知の金型成形法やラバープレス法等を用いることができる。

次に、成形体を焼結してセラミックスとする。焼結は、大気中、酸化性雰囲気で行う。焼結温度は、 $1300 \sim 1600^\circ C$ でなければならない。 $1300^\circ C$ 未満では、密度が上がらず、強度や硬度が低くなる。一方、 $1600^\circ C$ を超えると、 $Al_2O_3$ や $ZrO_2$ の平均粒径が大きくなりすぎ、やはり強度や硬度が極端に低下してくる。

この発明のセラミックスは、強度や硬度がより高いという理由で、 $ZrO_2$ の平均粒径が $0.05 \sim 2.0 \mu m$ であるのが好ましい。さらに好ましい平均粒径は、 $0.1 \sim 1.5 \mu m$ である。

次に、上記混合粉末を、金型を用いて、長さ40mm、幅5mm、高さ4mmの直方体の形状に成形した。このとき、成形圧力は1.0kgf/cm<sup>2</sup>とした。

次に、上記成形体を、大気中にて、表に示す温度で2時間焼結し、合計21種類のセラミックスを得た。

次に、上記各セラミックスについて、密度と、ZrO<sub>2</sub>の平均粒径と、曲げ強度と、ビッカース硬度とを求めた。密度は、式、

$$\rho = [m_1 / (m_1 - m_2)] \times d$$

ただし、 $\rho$  : セラミックスの密度

$m_1$  : 乾燥状態におけるセラミックスの重量

$m_2$  : 水中におけるセラミックスの重量

$d$  : 水の密度

から求めた。また、ZrO<sub>2</sub>の平均粒径は、セラミックスを鏡面研磨した後エッチングし、そのエッチング面の顕微鏡写真について、いくつかの方

向に粒子の最大長さを求め、その最大長さの単純平均値として求めた。さらに、曲げ強度は、JIS R 1601に基づき、セラミックスを加工して、10本の、幅4mm、長さ40mm、厚み3mmの試験片を作り、その試験片について、スパン30mm、クロスヘッドスピード0.5mm/分の条件で3点曲げ試験を行い、単純平均値として求めた。さらにまた、ビッカース硬度は、ビッカース硬度計を用い、圧子圧入荷重を10kgfとして5点ほど測定し、その単純平均値として求めた。測定結果を表に示す。

表

No	組 成			焼結温度 (°C)	密 度 (g/cm <sup>3</sup> )	ZrO <sub>2</sub> の 平均粒径 ( $\mu$ m)	曲げ強度 (kg/mm <sup>2</sup> )	ビッカース 硬さ
	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -ZrO <sub>2</sub> の量 (重量%)	ZrO <sub>2</sub> 中に固溶 しているY <sub>2</sub> O <sub>3</sub> の量 (モル%)	AlNbO <sub>4</sub> の 量 (重量%)					
1	10	1.5	0.07	1450	4.09	0.21	73.2	1754
2	10	2.5	0.7	1450	4.10	0.21	75.6	1800
3	10	2.5	3.5	1450	4.11	0.22	77.5	1789
4	10	5.0	2.0	1450	4.12	0.22	73.8	1774
5	20	1.5	0.07	1500	4.29	0.28	79.5	1701
6	20	2.5	0.7	1450	4.32	0.27	90.5	1781
7	20	2.5	3.5	1500	4.37	0.30	96.6	1680
8	20	5.0	2.0	1450	4.30	0.28	90.1	1688
9	30	1.5	0.7	1450	4.52	0.30	88.9	1691
10	30	2.5	0.7	1500	4.58	0.31	94.5	1682
11	30	2.5	3.5	1500	4.59	0.30	97.1	1670
12	30	5.0	3.5	1500	4.58	0.32	91.5	1672
13	0	0	0	1500	3.81	-	35.3	1863
14	10	2.5	0	1500	3.92	0.30	28.5	1562
15	20	2.5	0	1500	4.14	0.30	58.2	1550
16	20	2.5	0.02	1500	4.15	0.31	60.5	1563
17	30	2.5	0.02	1500	4.31	0.33	61.2	1531
18	40	2.5	0.7	1500	4.48	0.35	60.8	1510
19	20	1.0	0.7	1500	4.29	0.29	65.3	1685
20	20	6.0	0.7	1500	4.30	0.31	59.8	1693
21	20	2.5	5.5	1450	4.10	0.22	49.8	1520

表から、この発明のもの(№1～12)は、この発明が規定する要件を見たしていないもの(№13～21)にくらべて、低温での焼結でも緻密なセラミックスが得られ、強度や硬度といった機械的性質が優れていることがわかる。

(発明の効果)

この発明は、 $Al_2O_3$ 粉末に、 $Nb_2O_5$ 粉末を $AlNbO_4$ として0.07～3.5重量%になるように添加、混合した後、その混合粉末を1000～1300℃で仮焼し、その仮焼粉末に $Y_2O_3$ を1.5～5.0モル%含む $ZrO_2$ 粉末を10～30重量%添加、混合し、粉碎し、成形した後、その成形体を1300～1600℃で焼結することによって、 $Al_2O_3$ を主成分とし、 $ZrO_2$ を10～30重量%含み、 $AlNbO_4$ を0.07～3.5重量%含み、かつ、 $ZrO_2$ には1.5～5.0モル%の $Y_2O_3$ が固溶している $Al_2O_3$ - $ZrO_2$ 系セラミックスを得るものであり、そのセラミックスは、実施例にも示したように、強度や硬度等の機械的性質が大変優

れている。しかも、比較的低温で焼結できるうえに、ホットプレス法やHIP法等の圧密法を使用しなくてもよいから製造コストを安くできる。

この発明のセラミックスは、強度や硬度等の機械的性質が優れていて、耐摩耗性が優れていることから、ポンプ、軸受、切削工具等の構成材料として大変好適である。

特許出願人 東レ株式会社

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(1) Publication number : 03-252352

(43) Date of publication of application : 11.11.1991

(51) Int. Cl.

C04B 35/10

(21) Application number : 02-052319

(71) Applicant : TOTO LTD

(22) Date of filing : 02.03.1990

(72) Inventor : ANDO SHIGERU  
HAYAKAWA MAKOTO

## 64) PRODUCT DN OF ALUMINA-ZRCONA-SILICON CARBIDE COMPOUND SINTERED BODY

### 67) Abstract:

PURPOSE: To obtain the subject sintered body having improved thermal impact resistance by adding a binder to mixture powder comprising Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, partially stabilized ZrO<sub>2</sub> and SiC, kneading the mixture, molding the kneaded mixture and subsequently calcining the molded product at the ordinary pressure in an inert gas atmosphere.

CONSTITUTION: Mixture powder prepared by adding 15-50vol% of partially stabilized ZrO<sub>2</sub> fine powder, 0.5-30vol% of SiC powder and, if necessary, ≤20vol% of a calcination auxiliary such as MgO or Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> to α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> as a matrix material mixed with a binder such as an acrylic resin, kneaded and subsequently molded into a molded product having a prescribed shape. The molded product is calcined at 1650-1800°C in an inert gas atmosphere such as Ar under the ordinary pressure to provide an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>-SiC complex sintered product having improved thermal impact resistance.

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-252352

⑬ Int.Cl.<sup>5</sup>

C 04 B 35/10

識別記号

庁内整理番号

G 8924-4G

⑭ 公開 平成3年(1991)11月11日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全2頁)

⑮ 発明の名称 アルミナ-ジルコニア-炭化珪素複合焼結体の製造方法

⑯ 特 願 平2-52319

⑰ 出 願 平2(1990)3月2日

⑱ 発 明 者 安 藤 茂 神奈川県茅ヶ崎市本村2丁目8番1号 東陶機器株式会社  
茅ヶ崎工場内

⑲ 発 明 者 早 川 信 神奈川県茅ヶ崎市本村2丁目8番1号 東陶機器株式会社  
茅ヶ崎工場内

⑳ 出 願 人 東陶機器株式会社 福岡県北九州市小倉北区中島2丁目1番1号

㉑ 代 理 人 弁理士 下田 容一郎 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

アルミナ-ジルコニア-炭化珪素複合焼結  
体の製造方法

2. 特許請求の範囲

部分安定化ジルコニアを15～50vol%、炭  
化珪素を0.5～30vol%、残部を実質的にアル  
ミナとした粉体をバインダーとともに混練して  
所定形状の成形体とし、次いでこの成形体を常圧  
且つ不活性雰囲気において1850～1800℃  
で焼成するようにしたことを特徴とするアルミナ  
-ジルコニア-炭化珪素複合焼結体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はアルミナを母材とした焼結体の製造方  
法に関する。

(従来の技術)

アルミナを母材とし、これに部分安定化ジルコ  
ニアと炭化珪素を添加することで、耐熱衝撃性を  
向上させる技術が特開昭62-265165号と

して提案されている。

この先行技術はアルミナ、ジルコニア及び炭化  
珪素を所定の割合で混合して焼成し、この焼成体  
を焼成体中に含まれる部分安定化ジルコニアの安  
定化率よりも低い安定化率のセラミック粉末に埋  
めて再度焼成するか、焼成体中に含まれる部分安  
定化ジルコニアの安定化率よりも低い安定化率の  
セラミックスラリーを焼成体に塗布して再度焼成  
するようにしている。

(発明が解決しようとする課題)

上述した先行技術による場合は、焼成を2回行  
なわなければならない工程が複雑になる。また1回  
目の焼成についてはホットプレス法を用いるのが  
一般的であり、この方法では成形できる形状が極  
めて限定されてしまう。更に先行技術によれば耐  
熱衝撃性の温度がある程度向上するが、十分とは  
いえない。

(課題を解決するための手段)

上記課題を解決すべく本発明は、アルミナ、部  
分安定化ジルコニア及び炭化珪素を所定の割合で



混合してなる成形体を、常圧且つ不活性雰囲気において1850～1800℃で焼成するようにした。

(作用)

1850～1800℃の範囲は、ジルコニアが異常粒成長する温度であり、この温度で焼成することで、機械的強度は変化しないが耐熱衝撃温度は大巾に向上する。

(実施例)

以下に本発明の実施例を具体的数値を挙げて説明する。

先ず、スプレードライ製法によって平均粒径が1.0μm以下の部分安定化ジルコニア(ZrO<sub>2</sub>)、炭化珪素(SiC)及びアルミナ(α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)を造粒する。

次いで、上記の粉体をバインダー(アクリル系樹脂)とともに混練して成形体とし、この成形体を常圧下(大気圧下)で且つ窒素若しくはアルゴンを導入した不活性ガスの雰囲気下で約1時間焼成する。

ここで、不活性雰囲気下で焼成するのは炭化珪素(SiC)の酸化を防止するためである。また、アルミナ(α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)については、1.0～4.0μmの粗粉を30vol%以下の割合で加えてもよい。更に、焼成助剤としてMgO、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を2.0vol%以下の割合で加えてもよい。

以上において、部分安定化ジルコニア(ZrO<sub>2</sub>)、炭化珪素(SiC)及びアルミナ(α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)の割合(vol%)と焼成温度をそれぞれ変化させて曲げ強度(kg/cm<sup>2</sup>)と耐熱衝撃温度(℃)を測定した試験結果を以下の[表]に示す。

尚、曲げ強度試験はJIS R1601に規定される3点曲げ試験方法に従って厚さ3mm、巾4mm、長さ50mmのテストピースに対して行ない、耐熱衝撃温度試験はテストピースを電気炉中で30分間保持した後10℃の水中に浸漬し、前記3点曲げ試験方法によりテストピースを破壊するまでの最高荷重を測定し、強度劣化を起こさない限界温度差を耐熱衝撃温度とした。

(効果)

以上に説明したように本発明によれば、焼成温度がジルコニアの異常粒成長を促す範囲であるため、アルミナマトリックス中に粒径が2μm以上のジルコニアが分散した組織になり、耐熱衝撃温度が500℃以上まで向上する。また焼成が1回で済むため工程が簡略化される。更に常圧下で焼成するため焼成前の成形体の形状を任意のものとしてすることができる。

(表)

試験材	組成 vol%				焼成温度 ℃	耐熱衝撃温度 ℃	曲げ強度 kg/cm <sup>2</sup>
	ZrO <sub>2</sub>	SiC	焼成助剤	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			
比較材	0	0	0	100	1750	200	3000
試験①	30	25	0	部部	1750	565	4500
試験②	30	10	0	部部	1750	400	3500
試験③	30	25	0	部部	1650	280	6000
試験④	30	25	0.3MgO	部部	1750	480	4000
試験⑤	30	25	2Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	部部	1750	300	4500
試験⑥	30	2	0	部部	1750	380	3700
試験⑦	15	2	0	部部	1750	400	3500
試験⑧	5	2	0	部部	1750	240	3500
試験⑨	30	25	0	部部	1550	未焼結状態	1500
試験⑩	30	0	0	部部	1750	180	4000
試験⑪	30	0	0	部部	1500	200	9000

比較 ⑦ ⑧ ⑨ ⑩ ⑪ ZrO<sub>2</sub>添加の効果

① ② ③ ④ ⑤ ⑥ SiC添加の効果

試験材

特許出願人 東陶機器株式会社  
代理人 弁理士 下田 容一郎  
同 弁理士 大橋 邦彦  
同 弁理士 小山 有